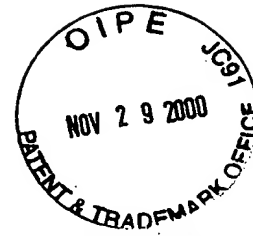


DECLARATION



I, Osamu MAEDA, c/o the Inoue & Associates of 3rd Floor, Akasaka Habitation Building, 3-5, Akasaka 1-chome, Minato-ku, Tokyo, Japan do solemnly and sincerely declare that I am conversant with the Japanese and English languages and that the attached text is a true partial English translation of "Unexamined Japanese Patent Application Laid-Open Specification No. Sho 50-6597", and believe that the translation is true and correct.

I hereby declare that all statements made herein of my own knowledge are true and that all statements made on information and belief are believed to be true; and further that these statements were made with the knowledge that willful false statements and the like so made are punishable by fine or imprisonment, or both, under Section 1001 of Title 18 of the United States Code and that such willful false statements may jeopardize the validity of the application or any patent issued thereon.

October 29, 2000

(Date)

Osamu Maeda

Osamu MAEDA

RECEIVED  
DEC - 1, 2000  
TECHNOLOGY CENTER 1700

*Get Translated*

Partial Translation of Unexamined Japanese Patent Application  
Laid-Open Specification No. 50-6597

(1) Top portion of page 469

19 Japanese Patent Office (JP)

11 Unexamined Japanese Patent Application Laid-Open Specification No. 50-6597

43 Laying-Open Date: January 23, 1975

21 Patent Application No. 48-57371

22 Filing Date: May 22, 1973

Request for Examination: not yet filed

(3 pages in total)

Applicant: Toyota Central Research & Development Laboratories  
Incorporated

Representative: Hanji Umehara

(2) At page 469, left lower column, lines 3 to 10

1. Title of the Invention

Method for producing zinc oxide whiskers

2. Scope of Claim for Patent

A method for producing zinc oxide whiskers, in which a zinc alloy of zinc and a metal having a boiling point higher than that of zinc or a mixture of these two metals is heated under an oxygen-containing atmosphere in the presence of a substrate, to thereby form zinc oxide whiskers on a surface of

*whiskers hardly appear to have the aspect ratios claimed by applicant - 1 -*

said substrate.

---



特 許 公 報



昭和48年5月22日

特許庁長官 三 宅 幸 夫 殿

1. 発明の名称

酸化亜鉛ウイスカの製造方法

2. 発明者

愛知県豊田市長井上町1丁目8番地

石 久 富 夫

3. 特許出願人

(外2名)

愛知県名古屋市中区久方二丁目12番地

(560) 株式会社 豊田中央研究所

代表取締役 梅 原 半 二

4. 代理人

愛知県名古屋市中区久方二丁目12番地

株式会社 豊田中央研究所 内

(6725) 弁理士 鈴木 昌 明

同 所 内

(6759) 弁理士 伊 藤 求 周

電話<052>802-1111(代表) 郵便番号168

5. 添付書類の目録

- |           |     |
|-----------|-----|
| (1) 明 細 書 | 1 通 |
| (2) 図 面   | 1 通 |
| (3) 委 任 状 | 1 通 |

明 細 書

1. 発明の名称

酸化亜鉛ウイスカの製造方法

2. 特許請求の範囲

亜鉛および亜鉛よりも沸点の高い金属とよりなる亜鉛合金またはその混合物を、酸素を含有する雰囲気下において加熱し、下地物質上に酸化亜鉛のウイスカを生成せしめることを特徴とする酸化亜鉛ウイスカの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、酸化亜鉛ウイスカを簡単に製造することができる方法に関する。

酸化亜鉛ウイスカは各種材料の補強用として、また半導体として、その用途が挙げられる。酸化亜鉛ウイスカの製造は、亜鉛を酸素含有雰囲気中において加熱し、亜鉛を蒸発せしめると共に該亜鉛蒸気を酸化して酸化亜鉛となし、これを多孔質セラミックス等の下地物質上に生成せしめるものである。しかし、ウイスカを製造するには、原

Reference (1)

①9 日本国特許庁

公開特許公報

①特開昭 50-6597

④3公開日 昭50.(1975)1.23

②1特願昭 48-57371

②2出願日 昭48.(1973)5.22

審査請求 未請求 (全3頁)

庁内整理番号

⑤2日本分類

1923 41

15 F24

2126 4A

13(7)D532

料を蒸気化するためにこれを高温に加熱する必要があり、またウイスカの生長速度を大きくするために蒸気圧を高くしなければならない。しかし、一方蒸気圧を高くしすぎると、結晶の生長核の数が過剰となつて、生成ウイスカの形状は細くかつ短くなつてしまう。したがって、良質のウイスカを得るには上記の蒸気圧がウイスカ生成に好ましい範囲にあることを要する。

このような観点から、酸化亜鉛ウイスカを製造する改良法として、亜鉛を、その蒸気を生成させるに必要な温度に加熱し、発生する亜鉛蒸気を空気等の酸素含有ガスによつて、ウイスカの生成に適当な温度に加熱してあるウイスカ生成炉内に流入させ、該炉内に配置した下地物質上に酸化亜鉛ウイスカを生長させる方法が提案されている。しかしながら、かかる方法によるときは蒸気発生用の加熱炉とウイスカ生成用の加熱炉の2種類の炉を要すると共に、亜鉛蒸気を運搬するに必要なガス流れも要し、装置が複雑となると共にその平準も煩雑である。また、このような煩雑な制には、

良質のウイスカが得られ無い。

本発明は、かかる従来の欠点を改良すると共に良質の酸化亜鉛ウイスカを製造することができる方法を提供しようとするもので、亜鉛と亜鉛よりも沸点の高い金属との合金またはこの両者の混合物を、酸素を含有する雰囲気下で加熱し、下地物質上に酸化亜鉛ウイスカを生成させることを特徴とするものである。

本発明によれば、長い良質のウイスカを製造することができると共に、その手法も上記の合金または混合物を加熱するのみであるから簡単である。本発明において、このような効果が得られるのは、酸化亜鉛ウイスカの原料を、亜鉛のみとせず、亜鉛とこれより高沸点の金属との合金または混合物とすることによつて、亜鉛の蒸気圧をウイスカ生成に都合の良い状態に調整することができるためと考えられる。

本発明において、亜鉛よりも沸点の高い金属としては銅、アルミニウム、錫、鉛<sup>ニ</sup>がある。しかし、亜鉛と上記金属とは合金状態あるいは両者

質のウイスカが生じ難い。また、この場合の加熱温度は1150℃でないし1550℃とするのが好ましく、下限以下では充分な蒸気圧が得られずウイスカの生成が少なく、上限以上では蒸気圧が高くなりすぎて全体的にウイスカの形状が小さくなる。なお、亜鉛-銅合金に代えて亜鉛粉末と銅粉末の混合粉末を用いる場合にも、上記と同様の条件下において同様の好結果を得ることができる。

#### 実施例

亜鉛-銅合金を用いて酸化亜鉛ウイスカを製造した。

亜鉛(7g)と銅(4g)と割合の下を100℃に加熱する。すなわち、亜鉛-銅合金の棒を用意し、これを図に示すごとく、内径約60mmのタンマン管5の中に入れ、該タンマン管5をシリコニット炉中に設置して加熱し、該炉6の中央に設けたムライト製の円筒状下地7の内壁に酸化亜鉛ウイスカ8を生成させた。ここに、上記の亜鉛-銅合金棒は長さ100mm、幅10mm、厚み10mmの角棒を用いた。該棒1はタンマン管5内に充填したグラファイト粉末2に包め込んだ。タンマン管の上方開口

の粉末の混合物の状態でウイスカの製造原料として用いる。ウイスカ製造時の加熱温度は約900℃でないし1400℃が良く、また酸素含有雰囲気としては空気あるいは酸素と酸素との混合ガス等がある。また、下地物質としてはアルミナ焼結体、ムライト焼結体、アスベスト<sup>ニ</sup>がある。また、上記のウイスカの製造に際しては、上記の亜鉛合金または混合物をタンマン管等の容器内に入れてこれを加熱するか、または容器内に亜鉛合金または混合物を入れその周囲にグラファイト等の耐火材料粉末を充填して(実施例参照)これを加熱する。これらの加熱は加熱炉内において行なり、また下地物質は上記加熱炉の内壁に取り付け<sup>ニ</sup>る等により配設する。

また、上記合金として亜鉛-銅合金を用いる場合には、ほぼ一様な太さでかつ長いウイスカを得ることができる。しかしこの場合の合金中の亜鉛の量は20ないし40% (重量比)とするのが良く、下限以下ではウイスカ生成量が少なく、また上限以上では亜鉛の蒸気圧が高くなりすぎて良

形にはグラファイトの散乱を防止するために石綿4を置いた。タンマン管は下記の炉心管5内に配設した。シリコニット炉6は電気による発熱体61を設けた円筒体で、その内部には炉心管5を設けてなる。ウイスカを生長させるための下地7は上記炉心管5の内壁に、上記タンマン管3の上方開口部付近に取り付けた。

ウイスカ生成に当つては、炉心管5内に空気を約1ℓ/分の割合で送入しつつ、炉内を上記発熱体61により加熱し、ウイスカ生成のための所定温度に保持する。この加熱によつて、タンマン管内の亜鉛-銅合金は加熱され、生成した亜鉛蒸気はタンマン管の上方開口部より前記炉心管5内に放出し、ここで送入されてきた酸素と反応し、酸化亜鉛蒸気となり、該酸化亜鉛蒸気は下地7の内壁上に析出し、多数の酸化亜鉛ウイスカ8を成長させる。なお、該ウイスカはタンマン管3の外壁にも一部生成する。

得られたウイスカを採取し、その物理的特性を測定した。その結果を、原料としての各亜鉛-銅

合金を用いた場合について示す。なお、同表には各合金の場合におけるウイスカ生成温度、時間を併記した。ここにウイスカ生成時間とは、上記温度に保持した時間をいう。

No.	合金組成 (wt%)		温度 (℃)	時間 (時)	ウイスカの性質	
	Zn	Cu			長さ(mm)	直径(μ)
1	20	80	1250	4	10~20	50~80
2	30	70	1200	4	10~30	120~40
3	40	60	1150	2	2~5	1~10

上記より知られるごとく、本発明の方法によれば、簡単な手法により短時間で優れた酸化亜鉛ウイスカを製造することができる。また上記の表2の条件により得られたウイスカについて引張り強度の測定を行なったところ、約50ないし200 kg/cm<sup>2</sup>という高い値を示した。

なお、上記実施例により得られたウイスカは、その組成をEDMA分析法により測定したところ、そのほとんどが酸化亜鉛からなり、僅かに、ウイ

スカの表面部に約0.03% (重量比) の、また中心部に約0.01%の銅の混入が認められるのみであつた。

#### 4. 図面の簡単な説明

図は本発明にかかる実施例における、酸化亜鉛ウイスカの製造実施態様を示す正面断面図である。

#### 特許出願人

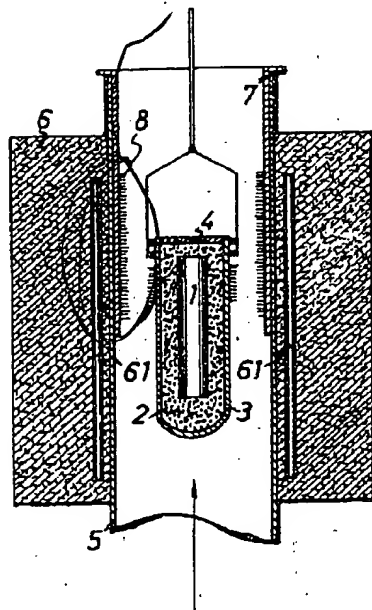
株式会社 豊田中央研究所

代表取締役 梅原 半二

#### 代理人

弁護士 鈴木 昌明

弁護士 伊藤 求馬



#### 6. 前記以外の発明者

愛知県名古屋市長区鳴瀬町字乙子山84番地の1

中 島 耕 一

愛知県名古屋市長区昭和区久方1丁目150番地

中 島 耕 一